(11) Publication number: 47-48107

(44) Date of publication of examined application: 4 December 1972

# (54) IMPROVED ADSORPTION DEVICE IN **ADIABATIC FRACTIONATION**PROCESS

(21) Application number: 38-4627

(22) Date of filing: 5 February 1963

Priority claim: (32) 26 February 1962

(33) United States of America

(31) 175710

(71) Applicant: Esso Research and Engineering Company

In Fig. 1, numeral 24 represents a pipe for introducing a stream of a hydrogen-hydrocarbon raw material mixture into the adiabatic fractionation device. The raw material stream inside the pipe 24 is supplied to a header 25, and then passes through a valve 27, into a pipe 29, and then into an adsorption zone 33.

In this description, the adsorption zone 33 represents the adsorption side of the cycle, and an adsorption zone 34 represents the desorption side of the cycle. These two zones represent a continuous cyclic process with one zone on the adsorption side of the cycle and the other zone on the desorption side. The raw material stream, which contains hydrogen and hydrocarbon compounds of 1 to 10 carbon atoms, passes through the adsorption zone 33. The lower portion of the adsorption zone 33 is packed with an adsorbent A, whereas the upper portion of the adsorption zone 33 is packed with an adsorbent B. In the examples of the present invention, the adsorbent A is a large pore silica gel adsorbent with an average pore diameter within a range from 50 to 500 Å. An average pore diameter within a range from 100 to 200 Å is preferred. The adsorbent B is an activated carbon adsorbent. Accordingly, as the hydrogen-hydrocarbon mixture passes

through the adsorption zone 33, hydrocarbons of  $C_4$  and higher are adsorbed by the large pore silica gel. Hydrocarbon carbons from  $C_1$  to  $C_3$  are adsorbed by the activated carbon adsorbent. A substantially pure hydrogen stream (greater than 99.0 mol%) exits the adsorption zone 33, passes through a pipe 35 and a valve 41, enters a header 43, and is extracted through a pipe 40 as a first discharge stream.

As described above, the adsorption zone 34 is on the desorption side of the cycle. Initially, the adsorption zone 34 sits at the adsorption pressure. A valve 30 is then opened, the pressure within the zone 34 is lowered, and the vapor within the adsorption zone 34 is guided out through a pipe 28 and the valve 30 to a header 32, from where it is extracted as a second discharge stream. During this reduced pressure step, the adsorption zone 34 is purged using a portion of the first discharge stream within the pipe 40.

The purge causes the stream to flow from the pipe 40 to a header 39, and then through a valve 38 and a pipe 36, before reaching the adsorption zone 34. The two adsorbents within the adsorption zone 34 are flushed and retuned to normal via this purge process. This purge stream flows from the adsorption zone 34, through the pipe 28, the valve 30 and the header 32, and is then extracted as the second discharge stream. Following purging, the adsorption zone 34 is repressurized using the first discharge stream, and is returned to the adsorption pressure.

This repressurization step is conducted by closing the valve 30. When the valve 38 is opened, the first discharge stream flows from the pipe 40 to the header 39, through the valve 38 and into the pipe 36, before entering the adsorption zone 34. Once the adsorption zone 34 has been repressurized and returned to substantially the adsorption pressure, the valve 38 is closed, and preparations are made to switch the adsorption zone to the adsorption side of the cycle.

By closing the valves 27 and 41, and opening a valve 31, the adsorption zone 33 is switched to the desorption side of the cycle. By opening valves 26 and 42, the adsorption zone 34 is switched from the desorption side to the adsorption side of the cycle.

- REFERENCE (CASE) NUMBER: F6-50191- IDS
- TITLE OF THE DOCUMENT:

## IMPROVED ADSORPTION DEVICE IN ADIABATIC FRACTIONATION PROCESS

- PERSON IN CHARGE OF THIS CASE: Yabuuchi-san
- PURPOSE OF THIS TRANSLATION: Translation of IDS application
- TRANSLATION DEADLINE: 24 November, 2005

#### Notes:

Sections that I am unsure of, or which require checking, are shown in bold.

## (54) IMPROVED ADSORPTION DEVICE IN **ADIABATIC FRACTIONATION**PROCESS

I am unsure as to whether "adiabatic" or "insulated" is the best translation here. Similarly, I was unsure as to whether to use "fractionation" or simply "separation". Please check.

Note, these terms also occur within the following text.

## [page 1]

In the examples of the present invention, the adsorbent A is a large pore silica gel adsorbent with an average pore diameter within a range from 50 to 500 Å. An average pore diameter within a range from 100 to 200 Å is preferred.

Please check the symbol for Angstroms has appeared correctly.

- TRANSLATOR: Grant Waller
- DATE: 21 November, 2005
- NUMBER OF WORDS TOTAL: 848
- NUMBER OF WORDS IN THIS REPORT: 187
- NUMBER OF WORDS TRANSLATED: 661

1 Int . C1.

60日本分類

日本国特許庁

①特許出願公告 昭47 -48107

B 01 d C 01 b С 07 Ъ 13(7) B 621 14 C 3 16 A 1

⑩特

49公告 昭和47年(1972)12月4日

発明の数 1

(全9頁)

1

の断熱分別法に於ける改良された吸着装置

昭38-4627 ②特 頯

723出 頣 昭38(1963)2月5日

優先権主張 カ国的175710

銮 料 昭43-4304

フレット・エッチ・カント 79発 明 者

> アメリカ合衆国ニユ ―ジヤ ―シ ― ኑ 3 1

间 チャールス・ダブリュー・スカー ストロム

アメリカ合衆国ニュージャーシー

ランド・アペニュー30 チエスター・エル・リード

同 アメリカ合衆国ニユージャーシー 州ウエストフイールド・レノツク

ス・アペニュー519

同 アイラ・ビー・ゴールドマン・ アメリカ合衆国メリーランド州ハ イヤッツヴイル・トレド・テラス 3 3 5 8

エッソ・リサーチ・エンド・エン 25 現わすと言う困難が生じる。 们出 顋 ヂニアリング・コンパニー アメリカ合衆国ニユ ージャーシー 州エリザベス・プロード・ストリ

代 理 人 弁理士 中松澗之助 外3名

-- h 1 2 5

発明の詳細な説明

本発明は蒸気相の多成分混合物を異なる物理的 性質を持つ2つの流れに分離する断熱分別法に於 ける改良した吸着装置に係る。なお詳しく言えば 5 本発明は多成分混合物流から高圧吸着と低圧脱着 を用いる蒸気相に於ける断熱分別法により、実質 的に純粋な成分を得る方法に係るものである。

2

本発明は、また実質的に純粋な成分からキ 一成 分を分離するのに使用する吸着剤が、多成分混合 州クランフォード・ラトガス・ロー 10 物中の他の成分に対し著しく高い能力を持ち、其 の為此の吸着剤が他の更に脱着困難な成分で飽和 し、この方法を続けると吸着能力を失う傾向を有 するものなので、高圧吸着と低圧脱着とを使用し て、多成分混合物から実質的に純粋の成分を得る 州モントウエイル・ウエストモア 15 断熱分別法に用いる改良した吸着装置に係る。

> 本発明の特殊の実施例に於いては1乃至10個 の炭素原子を持つ炭化水素化合物から成る水素・ 炭化水素混合物から水素を精製するのに二重吸着 系を使用するものである。

断熱分別法に於いては高圧吸着と低圧脱着技術 を用いて原料流から比較的高い収率で高純度の生 成物を得る事ができる。しかし、広い範囲の化合 物を含む流れを処理する場合には、吸着剤が屢々 原料流中の成分の或る物に対し極めて高い能力を

断熱分別法に於いては相対速度と呼ぶ成分の分 難の相対的容易さを規定する用語がある。即ち多 成分の流れを処理する所与の吸着等では望みの生 成物から成る成分(又は複数)がキー成分(又は 30 複数)よりも比較的早い速度で吸着帯を通過する。 それ故、キー成分(又は複数)が主流出流に吸着 床を通つて割り込む前にサイクルの吸着部分を切 り離す事ができる。

この場合主流出流は吸着帯を通過する原料流の 活性炭吸着剤の上のn-ヘキサン、n-プタンの 35 未吸着部分である。キー成分(又は複数)は吸着 帯で吸着された仕込原料流の一部分から成る。

更に望ましい成分(又は複数)が広い範囲の物

## 図面の簡単な説明

第1図は本発明による断熱分別法の図解、第2 図は吸着成分を脱着する速度のグラフ、第3図は 吸着等温式のグラフ、第4図は本発明の二重吸着 装置効力を示すグラフである。

理的性質を持つキー成分と共に仕込み原料流中に 存在する事が度々起る。たとえば、炭化水素化合 物からの水素の分離は活性炭吸着剤を使用して行 われる。該吸着剤は炭化水素化合物の分子量にも とづいて炭化水素化合物を吸着するように推測さ 5 れる。即ち重い炭化水素化合物は活性炭吸着剤か ら脱着するのが困難であり、その上に集積する傾 向がある。之は低分子量成分に対する吸着剤の能 力を低下せしめる。

たとえ普通の脱着技術すなわち、吸着帯を脱着圧 に迄下げ、そして第*一*次流出物の*一*部でパージし また再加工する技術を用いたとしてもその能力を 失うことに留意しなければならない。又第1次流 **房吸着剤の能力低下を償う傾向がある事に留意す** べきである。また著しく低い脱着圧は此の能力損 失を減少する助けをする。しかし、之等の実験の いずれも制限を有する。もしパージ速度が増して 成分の回収に実質的な損失を生じる。勿論これは この方法の能率を下げる。

脱窟圧に就てはどの程度低い脱着圧を得る事が できるかについて実際上限度がある。更に、可燃 性ガスを処理する場合には、空気が装置中へ漏入 25 かくして、水素 -炭化水素混合物が吸着帯 3 3を する傾向があるので火災の危険がある。

それ故、本発明の目的は広い範囲の物理的性質 を持つ成分から成る多成分流を処理する場合にも 実質的に吸着剤能力の低下がない断熱分別法に於 ける吸着装置を提供するにある。

本発明の更に進んだ目的は仕込原料流中にある 更に望ましい成分の極めて良好な回収を、吸着能 力の実質的の低下なしに行い得る断熱分別法を提 供するにある。

成し遂げる事ができる。ある成分又は複数の成分 に適当な親和力を示す吸着剤が選ばれる。連続し た吸着剤の工程を有することによつて、各々の吸 着剤は吸着帯を通り過ぎる原料流からある成分を 一次流出物として取出される。吸着帯の圧力を脱 着圧に迄低下する工程で成分を脱着し、この帯域 を第一流出流でパージし、この帯域を第一流出流 で再加圧することによつて始めの吸着能力が回復

本発明に於いては、吸着剤を連結管で繋いだ分 離された固定床の中に置く事ができ、又之等を互 に隣接して1個の帯域内に置く事もできる。

本発明の他の目的と利点とは図面を参照すれば 明らかになるであろう。

第1図に於いて符号24は水素 - 炭化水素混合 物原料流を断熱分別器の中に導入する管を示す。 管24の中の原料流はヘッダー25へ導かれ、弁 . 広い範囲の成分を処理する場合には、吸着剤は 10 27を通して管29に入りそして吸着帯33へ導 かれる。

此の記述に於いて吸着帯33はサイクルの吸着 側をなし、又吸着帯34はサイクルの脱着側にあ る。此処に記した2つの帯域は1つがサイクルの 出物の大容量でこの帯域をパージする事はある程 15 吸着側にあり、そして他の帯がサイクルの脱着側 にある連続サイクル方法を示すものである。水素 及び1乃至10個の炭素原子を持つ炭化水素化合 物を含む原料流は吸着帯 33中を通過する。吸着 帯 3 3 の下方部分に吸着剤 A を詰め、吸着帯 3 3 能力低下の割合を下げる場合には、より望ましい 20 の上方部分には吸着剤 Bを詰める。本発明の実施 例に於いては吸着剤Aは50乃至500~の範囲 の平均透孔直径を持つ広い孔のシリカゲル吸着剤 である。100乃至200分の範囲の平均透孔直 径が望ましい。吸着剤 Bは活性炭吸着剤である。 通り過ぎる時に C4 + 炭化水素は広い孔のシリカ ゲルに吸着される。C, 乃至C, 炭化水素化合物 は活性炭吸着剤に吸着される。実質的に純粋な水 素流(99.0+mo1%)は吸着帯 33を離れ管 30 35、弁41を通りヘッダー43へ入り、管40 で第一流出流として取出される。

先に示した通り、吸着帯 3 4 はサイクルの脱着 側にある。始めに帯域34は吸着圧力下にある。 弁30を開いて帯域34の圧を低下しかくして吸 本発明の之等の目的は多段階吸着工程を用いて 35 着帯 3 4 の中の蒸気を管 2 8 、弁 3 0 を経てヘッ ダー32に導き此処でこれを第2流出流として取 り出す。減圧工程について吸着帯34を管40の 中の第1流出流の1部でパージする。

パージは管40からヘッダー39、弁38、管 除去し、最終的に分別が行われ、未吸着成分は第 40 36を経て吸着帯34に行く。帯域34の中の両 吸着剤をパージで洗い戻す。これは吸着帯34か ら管28、弁30、ヘッダー32を通りそして第 2流出流として取出される。パージに続いて吸着 帯34を第1流出流で吸着圧までに上げるように

再加圧する。

再加圧工程は弁30を閉じることによつて行わ れる。弁38を開くと第1流出流は管40からへ ッダー39へ、弁38を経て管36へ、更に吸着 帯 3 4 に導かれる。吸着帯 3 4を実質的に吸着圧 5 に再加圧した時、弁38を閉じ、そして吸着帯 3 4を次にサイクルの吸着側に置く準備をする。

弁27と41を閉じ、弁31を開く事によつて 吸膏帯33をサイクルの脱膏側に切換える。弁 26と42を開く事によつて吸着帯 34をサイク 10 ルの脱着側から吸着側に切変える。

吸着温度は一般に周囲の温度である。しかし、 蒸気相の分離が周囲温度以上又は以下でも起る場 合も本発明の範囲内にある。之は断熱分別法であ 必要はない。之は滅圧し、そして次に低圧で第1 流出流を用いて吸着剤をパージする事によつて達 成される。

本発明方法を蒸気相で行う限り吸着圧には制限 着条件で蒸気流を生成する如きものでなければな . らない。

脱着圧は必然的に吸着圧以下でなければならな い。之は大気圧以上又は以下のいずれである事も ある。

前記の如く、従来の技術の断熱分別技術は異る 物理的性質の広い範囲を持つ原料流を処理する時 に能力を失うと言う困難を有していた。しかし、 脱着される成分だけを吸着するので吸着能力の損 失はない。

本発明の実施例に於いては、水素とメタンとの 間の第1次分離は吸着帯の活性炭吸着剤の部分で 生じる。しかし第2次分離は広い孔のシリカゲル 35 プ用ガス標準立方呎の函数として示したグラフで 吸着剤で起る。C4+炭化水素化合物は広い孔の シリカゲル吸着剤で原料から除かれる。広い孔を 有するシリカゲル吸着剤の量は1乃至30分なか んずく3乃至10分の範囲にあるサイクルの吸着 中に、実質的に C4 +炭化水素化合物が活性炭吸 40 100meshの範囲で変化する吸着剤粒度で得 着剤に到達しないような量にしなければならない。 吸着帯33及び34の中の活性炭吸着剤の量は、 サイクルの吸着側で実質的にメタンが第1流出物 として取出される実質的に純粋な水素流の中へ割

り込むことがないような量でなければならない。

特定の方法は普通の域圧、パージング、及び再 加圧技術を用いる場合について記したけれども、 仕込流からの更に望ましい成分の回収を改良する 技術に熟練したものによく知られている他の技術 を用いる事もできる。かかる方法の或る物は 2 個 の吸着帯間の上昇流域圧平衡並びに吸着帯内にト ラップされたガスの上昇流膨張で吸着帯域を洗い 戻すことである。

上記した如く以上は多段吸着剤の吸着帯を 1 個 の装置にしたものを示した。しかし実質的に離れ ている室に異る吸着剤を収容する事も本発明の範 囲中にある。前記の如く広い孔のゲル吸着剤を活 性炭吸着剤とは異つた床においた。即ちサイクル るので、熱を加えて吸着剤の上の成分を脱着する 15 の脱着側では広い孔のシリカゲル吸着剤を先ず減 圧する。次に広い孔のシリカゲル吸着剤を低い脱 着圧に迄滅圧した後、活性炭吸着剤が滅圧される。 かくしてパージ作用が広い孔のシリカゲル吸着剤 を通る活性炭吸着剤の減圧の結果得られる。之は はない。それ故、吸着温度と吸着圧の組合せは吸 20 広い孔のシリカゲル吸着剤の作業の能率増す。い ずれの吸着剤も低脱着圧に於いて第1流出流の1 部でパージされる。

本発明は望みの分離を行う適当な吸着剤を選ぶ 事を基礎とするものである。従来知られている断 できる。脱着温度は実質的に吸着の温度と同じで 25 熱分別法では原料流の中のキー成分に対し選択性 を示す吸着剤が満足すべき分離を行うものである。 普通の吸着剤を用いてある分離を行う事ができる という事は正しい。しかし、原料流から望ましい 成分の最適の回収を得る為には、望ましい分離を 本発明の方法に於いては各々の吸着剤がたやすく 30 行うことができ、更に吸着した成分をたやすく脱 着する特性を持つ吸着剤を用いる事が必要である。 従つて本発明の重要な特徴は脱着の機構にある。

> 第2図は活性炭の吸着剤から脱着される n -プ タンの量を活性炭吸着剤1ポンド当りのストリツ ある。之等のデータは1乃至15標準立方呎 (SCF)/時(0.0268乃至0.402N· M³/時)の水素又は窒素ストリッピングガスの 流速で得られたものである。之等はまた10乃至 られた。更に又このストリッピングデータは8 麻 乃至35粒の間で変化する床直径で行つた実験で ある。ストリッピングデータはすべて装置を通過 するストリッピングガスの量によつて変化し、こ

のガスが導入される速度には係わらないという事 実は脱着を支配する機構が吸着と脱着との間の平 衡である事を意味する。

従つて脱着は次のようにして発生すると認める 事ができる。窒素又は水素の如きストリップ用ガ 5 ンは活性炭吸着剤に蓄積する傾向程には脱着は困 スをn‐プタンで飽和した吸着剤床に通じる時、 ガスと吸着剤との間にはガス相の n -プタンの分 圧が吸着した量に基ずく平衡によつて検出される ような直接の平衡が成り立つ。此の平衡を成り立 かれる。この結果吸着剤の上の吸着された物質の 新しい濃度が得られる。此の新しい濃度は脱着期 間の始まりに於ける分圧より低い平衡に於けるガ ス相の新しい分圧に相当する。この脱着は吸着物 質と蒸気相に於ける分圧の間の平衡関係を常にた 15 どり続ける。分圧は常に吸着された量によつて支 配され、又分圧は蒸気相の吸着した物質の濃度を 規定するので、吸着剤からストリップされた全量 は脱着工程中利用されるガスの全量によつて簡単 に規定される。従つてこれは何故脱着速度が装置 20 を通過するストリップ用ガスの量の函数に過ぎな いかを説明するものである。

第3図は活性炭吸着剤の上のn-ヘキサン、n - プタン及びメタンの吸着等温線を説明するもの ンの吸着等温線も比較の為に示されている。此の 図面では吸着剤100gに対し吸着された成分の 量を吸着剤の上の蒸気相中の成分の分圧の函数と してgで示した。之等の吸着等温線は或定まつた 事によつて得られる。次いで吸着剤の重量増加を 測定して吸着した成分の量を測定する。活性炭の 上のn-ヘキサン、n-プタン及びメタンの等温 線は25℃の温度で得られた。広孔のシリカゲル れた。

まず活性炭吸着剤上の3つの化合物の吸着等温

線を見るに、メタン等温線は実質的に直線である 唯1つのものである事に気付くであろう。更にメ タンは活性炭吸瘡剤の能力低下に影響しないこと は従来の技術から知られている。すなわち、メタ 難ではない。

他方活性炭吸着剤の上のn -ヘキサン及びn -プタンの吸着等温線は直線でなく、n -ヘキサン では遙かに n -ブタンよりも曲つている。之等の たせる為にはn-プタンの幾重かが吸着剤から除 10 成分は両方共断熱分別法に於ける活性炭脱着剤の 能力低下に影響し、これは吸着剤から脱着が困難 である。殊にn‐ヘキサンはn‐プタンより脱着 が困難であつて、これは吸着等温線の非直線程度 に応じて変化する。

> 広い孔のシリカゲル上のn - プタンの吸着等温 線は実質的に直線である事もわかる。後に更に詳 しく記載する通り、nープタン並びに更に高い分 子量の炭化水素化合物はパージ対原料比1.0 に於 いて広い孔のシリカゲルからたやすく脱着する。

本明細書に於けるパージ対原料比は低い脱着圧 に於けるパージの容量対高吸着圧に於ける原料の 容量比である。

即ち断熱分別法に於いて用いられる吸着剤は処 理する原料流中の成分の吸着等温線を基礎として である。又、広い孔のシリカゲルの上のn‐プタ 25 選ばれることがわかる。吸着剤が吸着する成分に 対して親和力を示すという事だけでは満足すべき また十分な基準ではない。時と共に吸着剤の能力 を低下せしめることなく原料流から希望の成分を 最大収率で得る為には、選ばれた吸着剤と吸着さ 圧水準で吸着平衡を得る迄成分を吸着剤床に通す 30 れる成分との間の関係は、吸着する物質のすべて が之等の成分が原料流中で示す分圧の範囲で吸着 剤上にほぼ直線吸着等温線を示す如きものでなけ ればならない。

そこで本発明に於いては、吸指剤は吸着を希望 上の n -プタンの等温線は 3 7 9 c の温度で得ら 35 される原料流中の成分に対し選択的であり、又吸 着剤の平衡能力が一定の温度に於ける吸着成分の 圧力に実質的に直線的である。

9

HK4	
-	
魠	

· 泰	平均引径A	平衡 n C <sub>1</sub> 吸着力 g / 100g	2.5%	所与のn C <sub>1</sub> %をストリップする時間(時) 50% 75%	ップする時間(明7.2%) 1.5%	100%
Į						
HCC 木炭	2 0	88	v	<b>&gt;2 5</b>		1
CAL 脱色炭	. 4	3.1	1	<i>S</i> 2	\ \ \	I
シリカゲル	0 9	18	0.7 5	2	ဟ	<b>\$</b> 520
広い孔のシリカゲル	1 4 0	မ	0.035	0.067	0.1	0.15
イータナルミナ	6	LO		0.5	I	1.5
		·				

N2 硫の速さ: 6 ~ 1 0 標準立方呎/時( 0. 1 7 ~ 0. 2 8 3 標準立方米/時)

1.03kg/cm²の圧力に於いてN2中40mHgのnC,を使用し、37.8℃で吸着;1.03kg/cm²のN2を用い37.8℃でストリン

ピング;12乃至28メツツの粒度の吸着剤粒子を使用した。

第1表のデータは炭素原子数4乃至10の炭化

水累化合物を吸着するのに広い孔のシリカゲルを 用いることが望ましいことを説明している。之等 のデータは第1欄で示した吸着剤上に n -ヘブタ ヘプタン分圧、37.8℃に於ける吸着剤の平衡能 力を第3欄に示した。6乃至10SCF/Hr. (0.17乃至0.283N·M<sup>3</sup>·/Hr.)の速 度と37.8℃の温度に於けるN₂を用いて吸着剤 から n -ヘプタンをストリップするのに必要な時 10 低下を示さなかつた。 間も示した。上記のすべての吸着剤はn‐ヘブタ ンに対し親和力を示す。しかし、広い孔のシリカ ゲルは、約140 Åの平均孔径を持ち4乃至10 個の炭素原子を持つ炭化水素を吸着して断熱分別 するのに好適な脱着特性を示す。広い孔のシリカ 15 側で移動するようには戻らないのによるものであ ゲルはこの吸着剤から完全に n -ヘプタンを脱着 するために最小量のパージを必要とすることがわ かる。

第4四は水素を炭化水素化合物から分離するの ルとHCC活性炭70容量%からなる二重吸着剤 の有効性を説明するグラフである。第4図では、 吸着帯中の活性炭吸着剤のメタン吸収能力をこの 帯域内の活性炭/ポンド当り帯域を通過する炭化 水素原料の標準立方呎で示した。

原料の組成は99容量%のH2と1%のC4/ C。炭化水素である。この原料は0℃の温度と 7.03 kg/cm³ · ゲージ圧の圧力でC』 +接触り ホメートを水素で飽和して得たものである。

吸着と脱着の条件は 3.5 2 kg/cm³ ・ゲージ圧 30 の圧力、378℃の温度とであつた。サイクルの 吸着と脱着部分はそれぞれ6分であつた。原料の 流速は約0.028 3Nm3/時(1.0SCF/ Hr.)であつた。そして水素のパージ速度は  $0.0516\,\mathrm{N}\,\mathrm{m}^3$  /時乃至 $0.0198\,\mathrm{N}\,\mathrm{m}^3$  /時 35 明白である。特記した以外は前記の実施例は直径 (2乃至0.7SCF/Hr.)の間で変化させた。 此の手段で2/1乃至0.7/1の種々のパージ対 原料比を得る事ができた。吸着剤のメタン吸収力 を 3.5 2 kg / cm³ ・ゲージ圧に於ける 5 0 / 5 0 の H2 /メタン混合物に就いてメタンを分離する 40 時間を測定することによつて周期的に調べた。

2 元吸着剤系を用いる実験から得た結果を同じ 条件で吸着剤としてHCC活性炭のみを用いるも のと比べた。

約0.142Nm³/時(5SCF/Hr.)の パージ速度では活性炭だけを塡めた吸着帯のメタ ン吸収力はそれが安定している点の始めの能力か らその60%迄急速に低下することがわかる。之 ンを吸着する事に依つて得た。40 mm H g の n - 5 は活性炭吸着剤上に原料中の C4 +炭化水素化合 物が蓄積するのによるものである。他方約 0.0283Nm<sup>3</sup> /時(1.0SCF/Hr.)の パージ速度でさえ、30%の広孔シリカゲルと 70%の活性炭と塡めた吸着帯はメタン吸収力の

12

しかし、パージ速度を 0.0 1 9 8 N m 3 /時 (0.7 SCF/Hr.) に迄下げると、吸着力の 下りが目立つ。之は広い孔のシリカゲルに吸着さ れた成分の濃度傾斜はサイクルの脱着側では吸着 る。此の結果、吸着帯の活性炭の部分に重い炭化 水素化合物を通過させ、そして吸着剤の能力を損 失せしめる。

かくして、本発明の多数の吸着剤系に於いては に断熱分別サイクルに30重量%の広孔シリカゲ 20 各々の吸着剤の量は、吸着した成分の濃度の傾斜 が各々の型の吸着剤の物理的結合の中に止まる如 きものでなければならない。更に定常状態では各 吸着剤上の吸着した成分の濃度の傾斜はサイクル の吸着側で移動するのと同様にサイクルの脱着側 25 で遠く戻される。即ち、各吸着剤上の吸着された 成分の振動する濃度傾斜がある。

> 各吸着剤は直列に配置され、従つて各吸着剤は 実質的に直線的な吸着等温線を示す原料流中の成 分だけを吸着する。

以上本発明を1乃至10個の炭素原子を持つ炭 化水素化合物の混合物から水素を分離する場合に ついて詳しく記したけれども、本発明の方法は広 い範囲の物理的性質を持つ幾つかの成分の流れを 蒸気相で分別する任意の方法に適用できることは 2.5 4 cm、長さ1.5 2 mの各吸着容器を有する装 置で行つたものである。

本発明の実施態様を列挙すれば次の通りである。 1 吸着剤がサイクルの吸着側の端部で他の吸着 剤から分離されており、次位の吸着剤からの減 圧ガスで各吸着剤をパージするために次々に低 い脱帝圧に減圧される特許請求の範囲記載の方 法。

2 吸着帯の中のシリカゲル吸着剤の量が少くと

も活性炭吸着剤に C4 +炭化水素化合物の導入 を防止するに足る量である第1項に記載の方法。 3 多数吸着剤吸着帯で各吸着剤が此処に吸着さ れる成分に対し実質的に直線的の吸着等温線を 示し、そして吸着帯内では任意の成分の次の吸 5

着剤への流れを阻止し、この吸着剤が実質的に 非直線的吸着等温線を示す如く吸着剤を配置す る第1項に記載の方法。

4 該吸着剤サイクルの吸着側端部で互に他のも のと分離しており、又次の吸着物からの減圧用 10 化学工場 第5巻第13号 1961.12. ガスで各吸着剤を次々にパージするために低い 脱着圧に減圧される第3項に記載の方法。

#### 特許請求の範囲

1 水素を含有する炭化水素化合物の混合物から 水案を分離するために、多層吸着帯を使用する実 15 質的に純粋な水素を分別する断熱分別方法におい

て、該混合物が平均孔径100~200 Åのシリ カゲル層を通過しそれにひき続いて該シリカゲル 層に重ねられた活性炭層を通過することを特徴と する方法。

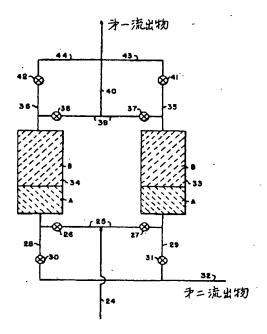
#### 引用文献

公 昭28-3117 米国特許 2661808

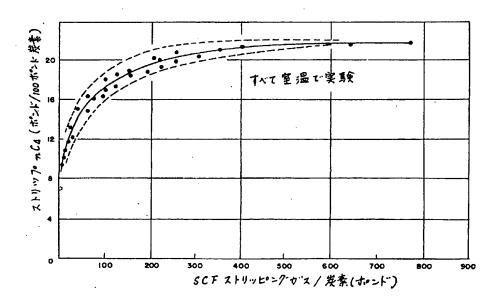
第15頁 日刊工業新聞社

Ralph K. Ilev著、「Colloid Chemistry of Silica and Silicates | Cornell University Press 発行第144 ~148頁

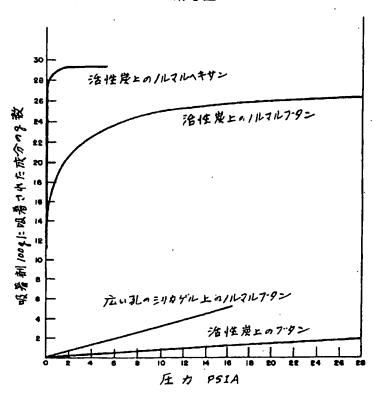
第1図



第2図



第3図



第4図

